

Reference 1

第4期

吕育齐等: 中药提取方法对比试验研究

7

COMPARATIVE STUDY ON METHODS OF BOIL AND EXTRACT OF CHINESE MATERIA MEDICA

Lu Yuqi

(Department of Traditional Chinese Medicine, Heilongjiang Commercial College, Harbin, 150076)

Zhang Xinhua

(Qingdao Chinese Pharmaceutical Ltd Company, Qingdao, 266042)

Zhu Liying

(Heilongjiang College of Traditional Chinese Medicine, Harbin, 150040)

Jin Yiqun

(Harbin Shiyitang Chinese Pharmaceutical Factory, Harbin, 150086)

Hou Shuhua Hao Jihong

(Department of Traditional Chinese Medicine grade 92, Heilongjiang Commercial College, Harbin, 150076)

Abstract To compare the methods of chinese and Japanese on boiling and extracting of Chinese Materia Medica and quantitatively analysing the ginsenosides in Ginseng, Berberine in Rhizoma Coptidis and rutin in Flos sophorae Immaturus on extracted process of single prescription, the results showed that the Chinese traditional two-boiling method is superior to the one-boiling method of Japan.

Key words boil and extract, ginsenoside Re, berberine hydrochlorate, rutin

第11卷 第4期

1995年12月

黑龙江商学院学报(自然科学版)

JOURNAL OF HEILONGJIANG COMMERCIAL COLLEGE
(NATURAL SCIENCES EDITION)

Vol.11 No.4

Dec. 1995

① 95, 11(4) 1-7

中药提取方法对比试验研究

吕育齐*

张新华[✓]

(黑龙江商学院中药系, 哈尔滨, 150076) (青岛制药股份有限公司, 青岛, 266042)

朱力莹

金毅群

(黑龙江中医学院, 哈尔滨, 150040) (哈尔滨世一堂制药厂, 哈尔滨, 150088)

侯淑华 郝继红

(黑龙江商学院中药系九二级, 哈尔滨, 150076)

A 摘要 将中日两国对中药煮提的方法进行了比较试验研究。在煎煮提取后, 对单复方所含人参中的人参皂甙、黄连中的小檗碱、槐米中的芦丁进行了定量分析。结果表明, 我国传统的两煎法要优于日本汉方制剂提取的一煎法。

关键词 煎煮提取, 人参皂甙 Re, 盐酸小檗碱, 芦丁

中图分类号 R944.6

中药

中医药是我国人民长期同疾病斗争的极为丰富的经验总结, 对中华民族的繁衍发展乃至世界文化都做出了巨大贡献。但是在国际天然药品市场, 日本的汉方制剂占九成, 而我国的中成药尚不足一成^[1]。如何能在尊重传统的前提下, 结合现代科学技术, 探索出一条中药西制的正确途径, 以求拓宽市场, 是个值得研究的课题。

日本汉方制剂自1967年经厚生省批准上市以来, 在医药行业所占比重越来越大。它的提取大多是一煎法^[1], 与我国传统的两煎法有很大不同。为研究比较这两种方法的优劣, 本文对人参、黄连、槐米及其复方做了煮提后定量分析的对比试验, 现将结果报告如下。

1 仪器与药品

1.1 仪器 UV-365 自动紫外分光光度仪, 日本岛津; 十万分之一分析天平, 上海天平仪器厂。

收稿日期: 1995-10-05

* 吕育齐, 男, 48岁, 讲师, 研究方向: 药剂学。

1.2 对照品及试剂 人参皂甙 Re, 盐酸小檗碱、芦丁, 均购于中国药品生物制品检定所。所用试剂均为分析纯。

1.3 药材 红参、黄连、槐米、刺五加、五味子、吴茱萸(制)、白芍(炒)、夏枯草, 均购于哈尔滨市药材公司。

2 实验用提取方法

2.1 一煎法^[1,2] 准确称取一定量药材, 加 10~20 倍量水浸泡 1~2h, 加热至沸 1h, 过滤除渣, 滤液备用。

2.2 两煎法^[1] 准确称取一定量药材, 加 8~10 倍量水浸泡 1~2h, 加热至沸 1.5h, 滤取药液。药渣加 6~8 倍量水, 加热至沸 1h, 过滤除渣, 滤液与前药液合并备用。

3 实验内容

3.1 人参及其复方制剂提取分离和定量分析

3.1.1 样品液制备

3.1.1.1 准确称取红参 25.0g, 分别按两种方法提取, 得水煎液, 精确分取 1/10 量, 按下述方法操作。

水煎液

| 4000 转/min 离心 10min, 过滤, 蒸馏水洗滤渣。

上清液

| 乙醇调浓度达 70%, 搅匀, 静置, 过滤, 70% 乙醇洗滤渣。

滤液

| 水浴挥散至无醇味, 加水稀释, 放置 12h, 过滤。

滤液

| 上大孔树脂柱^[4], 水洗至无色, 70% 氨性乙醇(pH=9)洗脱至五氯化铋反应阴性。

洗脱液(含人参皂甙粗品)

将洗脱液于水浴蒸干, 残渣用甲醇定溶于 50ml 容量瓶。两种方法平行各做三个样品。

3.1.1.2 复方(课题处方) 红参 100g、刺五加 200g、五味子 100g。准确称取处方量 1/4, 余按 3.1.1.1 项下处理, 亦平行各做三个样, 并以人参缺味制备阴性液。

3.1.2 样品含量测定

3.1.2.1 求标准方程 精密称取人参皂甙 Re 9.720mg, 用甲醇定溶于 10ml 容量瓶, 成 0.9720mg/ml 对照液; 按表 1 精密吸取对照液, 加入具塞试

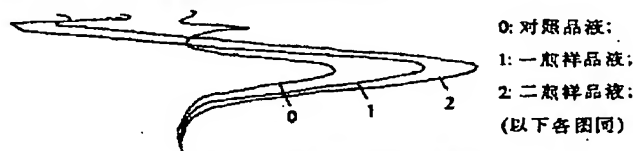


图 1 人参皂甙 Re 对照图谱

管中,不足 140 μ l 者用甲醇补足;然后准确加入 1% 香草醛—高氯酸溶液 0.5ml, 随行试剂空白, 60 $^{\circ}$ C 水浴加热 15min, 立即放入冰水浴中 3min, 再加入 77% 硫酸溶液 5ml, 摇匀, 待气泡消失, 按下述条件比色测定: 扫描范围为 800 ~ 400nm; 扫描速度为 100nm/min; 纸速为 100nm/cm。经测定最大吸收峰在 540 \pm 1nm 处, 见图 1。

表 1 人参皂甙 Re 对照液定量结果

测定项	对照液量 (μ l)						
	20	40	60	80	100	120	140
人参皂甙 Re 量 (μ g)	19.44	38.88	58.32	77.76	97.20	116.64	136.08
吸光度 (A)	0.095	0.184	0.266	0.340	0.439	0.481	0.566

经统计处理, 得回归方程: $y = 248.437x(A) - 6.389$, $r = 0.9975$ 。

3.1.2.2 样品测定 适量吸取对照液和样品液 3.1.1.1 和 3.1.1.2, 按标准方程项下操作 (复方以阴性液随行空白), 确认峰位峰形一致 (见图 1), 然后将各样品液 (50ml) 同样测定吸光度, 经标准方程计算, 结果见表 2。

表 2 人参单复方样品液测定结果

测定项	一煎法						二煎法					
	单方			复方			单方			复方		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
吸光度值(A)	0.232	0.228	0.231	0.228	0.231	0.233	0.262	0.268	0.265	0.260	0.256	0.259
人参皂甙量(μg)	51.248	50.250	51.000	50.255	51.000	51.497	58.702	60.192	59.450	58.205	57.211	57.956
平均值(μg)	50.883	CV=0.998%		50.917	CV=0.768%		59.450	CV=1.251%		57.791	CV=0.463%	
差率(%)	16.59(单方)						13.50(复方)					

平均加样回收率 (3 次), 单方为 98.70%, CV=0.501%; 复方为 98.18%; CV=0.683%。

3.2 黄连及其复方提取分离和定量分析

3.2.1 样品液制备

3.2.1.1 准确称取黄连 10.0g, 两种方法提取得水煎液, 按下述方法操作。

水煎液

1 乙醇调浓度达 70%, 搅匀, 水浴加热至 50 $^{\circ}$ C, 趁热过滤, 70% 乙醇洗滤渣。

滤液

1 水浴挥发至无醇味, 蒸馏水稀释, 放置至澄明, 过滤, 蒸馏水洗滤渣。

上清液

1 浓盐酸调 pH=1, 静置 24h 以上, 出现沉淀, 过滤, pH=1 盐酸溶液洗滤渣。

沉淀物 (盐酸小檗碱粗品)

将沉淀物用蒸馏水转溶于 100ml 容量瓶中,精确吸取 5ml 于小烧杯中,水浴蒸干,用乙醇转溶于 10ml 容量瓶。两种方法平行各做三个样品。

3.2.1.2 复方(戊己丸):黄连 300g、吴茱萸(制)50g、白芍(炒)300g。准确称取处方量 1/30,余按 3.2.1.1 项下处理,亦平行各做三个样,并以黄连缺味制备阴性液。

3.2.2 样品含量测定

3.2.2.1 求标准方程 精密称取盐酸小檗碱 10.470mg,用乙醇定溶于 10ml 容量瓶,成 1.047mg/ml 对照液。按表 3 精确吸取对照液,不足 1.2ml 者用乙醇补足,用 N/10 硫酸溶液定溶于 10ml 容量瓶,随行试剂空白,按下述条件比色:扫描范围为 500 ~ 300nm;扫描速度为 100nm/min;纸速为 50nm/cm,经测定最大吸收峰在 345 ± 1 nm 处,见图 2。

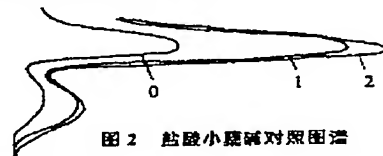


图 2 盐酸小檗碱对照图谱

表 3 盐酸小檗碱对照液测定结果

测定项	对照液量(ml)						
	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2
盐酸小檗碱量(mg)	0.1047	0.2094	0.4188	0.6282	0.8376	1.0470	1.2564
吸光度值(A)	0.041	0.083	0.177	0.254	0.355	0.436	0.510

经统计处理,得回归方程: $y = 2.4373x(A) + 0.0027$, $r = 0.9997$ 。

3.2.2.2 样品测定 适量吸取对照品液和样品液 3.2.1.1 和 3.2.1.2,按标准方程项下操作(复方以阴性液随行空白),确认峰位峰形一致(见图 2),然后将各样品液(0.5ml)同样测定吸光度,经标准方程计算,结果见表 4:

表 4 黄连单复方样品液测定结果

测定项	一煎法						两煎法					
	单方			复方			单方			复方		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
吸光度值(A)	0.204	0.197	0.209	0.253	0.246	0.240	0.240	0.242	0.250	0.282	0.291	0.296
盐酸小檗碱量(mg)	0.500	0.483	0.507	0.619	0.602	0.588	0.588	0.593	0.612	0.690	0.712	0.724
平均值(mg)	0.497	CV=2.50%		0.603	CV=2.60%		0.597	CV=2.16%		0.709	CV=2.41%	
总率(%)	20.20(单方)						17.58(复方)					

平均加样回率(3次),单方为 97.81%,CV=1.34%;复方为 98.11%,CV=1.16%。

3.3 槐米及其复方提取分离和定量分析

3.3.1 样品液制备

3.3.1.1 准确称取槐米 10.0g,两种方法提取得水煎液,按下述方法操作。

水煎液

1. 乙醇调浓度达 60%，水浴加热至 55℃，趁热过滤，60% 乙醇洗涤。

滤液

1. 水浴挥发至无醇味，蒸馏水稀释，微沸条件下加石灰乳调 pH=9，搅匀，趁热过滤。

滤液

1. 水浴加热至 60℃，加浓盐酸调 pH=5，搅匀，静置 24h 以上，出现沉淀，过滤，pH=5 盐酸溶液洗涤。

沉淀物(芦丁粗品)

将沉淀物用蒸馏水转溶于 1000ml 容量瓶(适当加热使溶解)，准确吸取 4ml 于小烧杯中，水浴蒸干，用适量甲醇微加热使溶解，转溶于 10ml 容量瓶。两种方法平行各做三个样品。

3.3.1.2 复方(降压糖浆): 槐米 300g, 白芍 150g, 夏枯草 150g。准确称取处方量的 1.30，余按 3.3.1.1 项下处理，亦平行各做三个样，并以槐米缺味制备阴性液。

3.3.2 样品含量测定

3.3.2.1 求标准方程 精密称取芦丁

19.500mg，用甲醇定溶于 10ml 容量瓶(适当加热使溶解)，成 1.95mg/ml 对照液。按表 5 精

密吸取对照液，加入 10ml 容量瓶中，不足 220μl 者用甲醇补足，再加入 5% 亚硝酸钠溶液 0.4ml，摇匀，放置 6min，再加入 10% 硝酸铝溶液 0.4ml，加 4% 氢氧化钠溶液 4ml，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，放置 15min，随行试剂空白。按下述条件比色测定：扫描范围为 700 ~ 400nm；扫描速度为 100nm/min，纸速为 100nm/cm。经测定最大吸收峰在 500±1nm 处，见图 3。

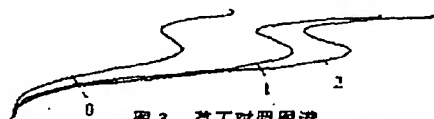


表5 芦丁对照液定量结果

测定项	对照液量(μl)						
	40	60	120	160	180	200	220
芦丁量(μg)	78	156	234	312	351	390	429
吸光度值(A)	0.067	0.129	0.198	0.265	0.300	0.331	0.365

经统计处理，得回归方程： $y = 1169.946x(A) + 1.963$, $r = 0.9999$ 。

3.2.2.2 样品测定 适量吸取对照液和样品液 3.3.1.1 和 3.3.1.2，按标准方程项下操作(复方以阴性液随行空白)，确认峰位峰形一致(见图 3)，然后将各样品液(1ml)同样测定吸光度，经标准方程计算，结果见表 6。

平均加样回收率(3次)，单方为 97.50%，CV=1.53%；复方为 98.00%，CV=1.47%。

4 讨论

4.1 本文没有采用标准曲线，而是通过回归方程作数据处理，原因是二者都是为了确定

表6 槐米单复方样品液测定结果

测定项	一煎法						两煎法									
	单方			复方			单方			复方						
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3				
吸光度值(A)	0.140	0.146	0.145	0.140	0.133	0.138	0.163	0.166	0.170	0.160	0.166	0.167				
芦丁量(μg)	165.755	172.775	171.605	165.755	157.566	163.415	192.664	196.174	200.854	189.154	196.174	197.344				
平均值(μg)	170.045	CV=2.21%			162.245	CV=2.60%			196.564	CV=2.09%			194.224	CV=2.28%		
差率(%)	15.60(单方)						19.70(复方)									

被测物质量和吸光度间的线性关系及范围。相比之下,标准曲线在二维坐标中很难描述准确,不如统计处理更科学。

4.2 从人参、黄连、槐米及其复方的两种煎煮方法的定量比较结果看,二者的差异是明显的,这就启发我们今后在中药西制、减小剂量、保证中成药质量等方面,要进一步研究如何更好地应用高速离心、醇沉处理、明胶(蛋白)除杂、酸碱调 pH 值的应用和过滤(精滤、超滤)以及冷藏陈化等工艺的单元操作过程。

4.3 以人参为例,其含皂甙的总量一般大于 5%^[1],而经验告诉我们人参制剂过程若采用水煮提收率能达 3% 就比较好了。本试验中两煎法最多只不过提出 2.378%,且一煎法与之相差十几个百分点,所以象人参这类贵细药不但提倡要用两煎法,而且提取的具体类别(煎煮、渗滤、回流、浸渍、逆流等)及溶剂都要有所选择。

以上只是三种药材及其复方的试验研究结果,其他药材是否也是这样,尚有待进一步验证。因为从节能、简化工艺、降低制备成本等方面考虑,一煎法对有些药也有其实际应用价值。

参 考 文 献

- 1 余练康.日本汉方制剂生产工艺现状,华西药学杂志,1992,7(4):251 ~ 254
- 2 小菅卓夫.内服用固形汉方药の制造方法.特开昭,56 ~ 16772
- 3 胡启林等.试谈并流与逆流方法在中药提取中应用,黑龙江商学院学报,1986,(1):85 ~ 89
- 4 吕育齐等.麦饭石面霜的质量控制研究.日用化学工业,1995,2(1):48 ~ 50
- 5 人参资料编审委员会.全国人参科技资料汇编(II):药化药理分册.国家医药管理局,1987,12:7